

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-182017

(43)Date of publication of application : 26.06.2002

(51)Int.Cl.

G02B 5/02
B05D 5/06
B05D 7/24
B32B 7/02
B32B 27/16
C08J 7/04
C09D 4/02
C09D 5/00
C09D 5/28
C09D163/00
C09D201/00
G02B 1/11
// C08L101:02

(21)Application number : 2000-380423

(71)Applicant : NIPPON STEEL CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 14.12.2000

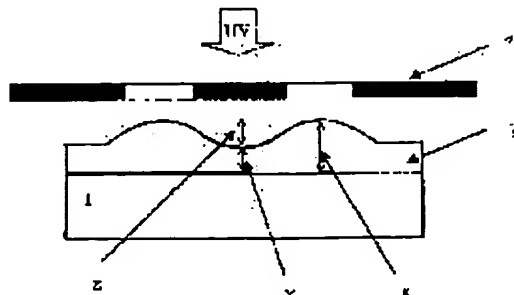
(72)Inventor : UCHIMIYA YASUO
KONO MASANORI

(54) SUBSTRATE HAVING RUGGED SHAPE ON SURFACE AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a substrate with a finely rugged film having good heat and alkali resistances and good adhesion and a method for producing the substrate and to use the substrate for a reflecting plate, a wedge for a light guide plate or the like.

SOLUTION: The substrate having a rugged shape on the surface has $\geq 60\%$ light transmittance and has a functional cured film 2 obtained by curing a coating material containing a resin forming component based on a monomer or oligomer having a fluorene skeleton and a



photopolymerization initiator as essential components on a flat substrate 1. The surface of the film is rugged, the mean value of proportion of its peak-to-valley height ($Z=X-Y$) is in the range of 0.60-0.95 and the peak-to-valley height is in the range of 0.05-3 μm .

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-182017

(P2002-182017A)

(43) 公開日 平成14年6月26日 (2002.6.26)

| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テームコード (参考) |
|---------------------------|-------|--------------|-------------------|
| G 0 2 B 5/02 | | G 0 2 B 5/02 | C 2 H 0 4 2 |
| B 0 5 D 5/06 | 1 0 4 | B 0 5 D 5/06 | 1 0 4 D 2 K 0 0 9 |
| | 7/24 | | 3 0 1 T 4 D 0 7 5 |
| B 3 2 B 7/02 | 1 0 3 | B 3 2 B 7/02 | 1 0 3 4 P 0 0 6 |
| 27/16 | 1 0 1 | 27/16 | 1 0 1 4 F 1 0 0 |

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-330423 (P2000-330423)

(22) 出願日 平成12年12月14日 (2000.12.14)

(71) 出願人 000006644

新日鐵化学株式会社

東京都品川区西五反田七丁目21番11号

(72) 発明者 内宮 康夫

千葉県木更津市薬地1番地 新日鐵化学株式会社電子材料開発センター内

(72) 発明者 河野 正範

千葉県木更津市薬地1番地 新日鐵化学株式会社電子材料開発センター内

(74) 代理人 100052739

弁理士 成瀬 勝夫 (外2名)

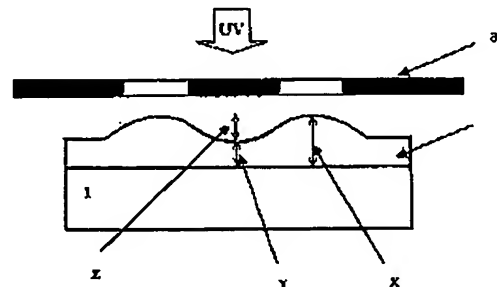
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 表面に凹凸形状を有する基板及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 耐熱性、耐アルカリ性、密着性が良好な微細な表面凹凸膜を有する基板及びその製法を提供する。これは、反射板、導光板用くさび等に用いられる。

【解決手段】 平坦な基板1上に、フルオレン骨格を有するモノマー又はオリゴマーを主とする樹脂形成成分と光重合開始剤を必須成分として含有するコーティング材料を硬化して得られる機能性硬化膜2を有し、この膜の表面は凹凸形状をしており、その凹凸段差 ($Z = X - Y$) の比の平均値が0.60~0.95の範囲にあり、凹凸段差が0.05~3 μm の範囲であり、かつ光線透過率が60%以上である表面に凹凸形状を有する基板。



(2)

特開2002-182017

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 平坦な基板上に、フルオレン骨格を有するモノマー又はオリゴマーを主とする樹脂形成成分と光重合開始剤を必須成分として含有するコーティング材料を硬化して得られる機能性硬化膜を有し、当該機能性硬化膜の表面は凹凸形状をしており、その凹凸段差の比の平均値が0.60～0.95の範囲にあり、凹凸段差が0.05～3μmの範囲であり、かつ機能性硬化膜の光線透過率が60%以上であることを特徴とする表面に機能性硬化膜を有する基板。

【請求項2】 平坦な基板上にコーティング材料を塗布し、コーティング材料を硬化して得られる硬化膜の表面に凹凸形状を形成する方法において、コーティング材料にフルオレン骨格を有するモノマー又はオリゴマーを主とする樹脂形成成分と光重合開始剤を必須成分として含有するコーティング材料を用い、光硬化と熱硬化の硬化収縮率の差を制御することにより硬化膜表面に凹凸段差が0.05～3μmの範囲である凹凸形状を有する透明機能性硬化膜を形成することを特徴とする表面に透明機能性硬化膜を有する基板の製造方法。

【請求項3】 平坦な基板上に、膜厚0.5μm以上となるようにフルオレン骨格を有するモノマー又はオリゴマーを主とする樹脂形成成分と光重合開始剤を必須成分として含有するコーティング材料を塗布後、光透過部と光遮蔽部を有するマスクを介して、300～450nmの紫外線を介して、露光部のコーティング材料が硬化し得る条件で照射し、次に現像、洗浄を行うことなく、120～250℃で15～60分の熱処理を行うことにより硬化膜表面に凹凸段差が膜厚の5～40%で、0.05～3μmの範囲である凹凸形状を有する透明機能性硬化膜を形成させることを特徴とする表面に透明機能性硬化膜を有する基板の製造方法。

【請求項4】 透明機能性硬化膜の光線透過率が60%以上であり、その表面に形成された凹凸形状部が、マスクによる露光部(膜厚X)と未露光部(膜厚Y)からなり、各部の厚さの比(Y/X)が0.60～0.95の範囲である請求項2又は請求項3記載の表面に透明機能性硬化膜を有する基板の製造方法。

【請求項5】 フルオレン骨格を有するモノマー又はオリゴマーが、フルオレンエポキシ樹脂、フルオレンアクリレート又はフルオレンアクリレートの酸付加物であり、その割合がフルオレンエポキシ樹脂1重量部に対し、フルオレンアクリレート0.5～5重量部、フルオレンアクリレートの酸付加物0～5重量部であり、樹脂形成成分中のフルオレン骨格を有するモノマー又はオリゴマーが、50重量%以上である請求項2～4のいずれかに記載の表面に透明機能性硬化膜を有する基板。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、表面に凹凸形状を

2

有する基板及びその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、接着性向上、光乱反射等を目的として基板上に様々な凹凸形状を形成することが要望されている。表面に凹凸形状を有する基板の製造については、これまで基板の研磨、樹脂組成物への充填材添加、光硬化樹脂を使用したフォトリソグラフィー等によるパターンの凹凸形成が行われてきている。しかし、基板の研磨による方法では精密に凹凸を形成することが困難であり、また、コーティング剤を形成する樹脂組成物への充填材の添加による方法は、製造工程は簡便ではあるが添加される充填材の比重が樹脂組成より重い場合は沈殿が発生し、充填材の粒径が大きな場合には均一な塗膜が得られず、良好な表面凹凸性が得られないという問題を有していた。

【0003】一方、特開平11-183714号公報に示されたような光硬化樹脂を使用したフォトリソグラフィーによる方法では、紫外線照射、現像、洗浄、熱硬化の工程が必要であり簡便に表面に凹凸形状を形成することが出来なかった。そこで、特開平11-248909号公報には、従来のフォトリソグラフィー法における現像工程を含まない拡散反射板の製造方法が示されている。しかし、従来知られている基板はその表面に用いられる材料が従来のアクリル樹脂であるため、硬化膜の耐熱性やアルカリ浸漬時の密着性が不十分であり、その後の熱処理やアルカリ処理において剥離や変形が発生するため満足されるものではなかった。したがって、耐熱性や耐アルカリ性の良好な特性を兼ね備えた表面に凹凸形状を有する基板及びその製造方法の開発が求められていた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、硬化膜の耐熱性やアルカリ浸漬時の密着性が優れ、その後の熱処理やアルカリ処理において剥離や変形を抑え得る表面に凹凸形状を有する基板及びこれを煩雑な製造工程を経ることなく簡便な方法で製造することができる方法を提供する。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、上記課題を解決すべく鋭意検討を重ねた結果、基板上に設けられる硬化膜を形成する材料を選定した特定の表面凹凸形状を有する基板が本発明の目的に合致することを見出し、本発明を完成するに至った。また、本発明者等は、この選定された材料についての表面凹凸形状方法について検討した結果、コーティング材料の光硬化収縮率と熱硬化収縮率の差を制御することにより、紫外線照射と熱処理だけの簡便な製造方法により、現像、洗浄の工程を経ずとも良好な表面凹凸形状を有する基板が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0006】すなわち、本発明は、平坦な基板上に、フルオレン骨格を有するモノマー又はオリゴマーを主とす

(3)

特開2002-182017

3

る樹脂形成成分と光重合開始剤を必須成分として含有するコーティング材料を硬化して得られる機能性硬化膜を有し、当該機能性硬化膜の表面は凹凸形状をしており、その凹凸段差の比の平均値が0.60~0.95の範囲にあり、凹凸段差が0.05~3μmの範囲であり、かつ機能性硬化膜の光線透過率が60%以上である表面に凹凸形状を有する基板である。

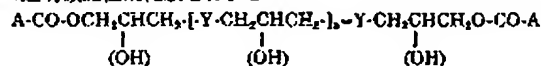
【0007】また、本発明は、平坦な基板上に、フルオレン骨格を有するモノマー又はオリゴマーを主とする樹脂形成成分と光重合開始剤を必須成分として含有するコーティング材料を用い、光硬化と熱硬化の硬化収縮率の差を制御することにより硬化膜表面に凹凸段差が0.05~3μmの範囲である凹凸形状を有する透明機能性硬化膜を形成する表面に凹凸形状を有する基板の製造方法である。

【0008】更に、本発明は、平坦な基板上に、膜厚0.5μm以上でフルオレン骨格を有するモノマー又はオリゴマーを主とする樹脂形成成分と光重合開始剤を必須成分として含有するコーティング材料を塗布後、光透過部と光遮蔽部を有するマスクを介して、300~450nmの紫外線を50~10000mJ/cm²照射し、次に現像、洗浄を行うことなく、120~250℃で15~60分の熱処理を行うことにより硬化膜表面に凹凸段差が膜厚の5~40%で、0.05~3μmの範囲である凹凸形状を有する透明機能性硬化膜を形成させる表面に凹凸形状を有する基板の製造方法である。

【0009】そして、本発明の表面に凹凸形状を有する基板の製造方法においては、透明機能性硬化膜の光線透過率が60%以上であり、その表面に形成された凹凸形状部が、マスクによる露光部(膜厚X)と未露光部(膜厚Y)からなり、各部の厚さの比(Y/X)が0.60~0.95の範囲であることが好ましい。

【0010】

【発明の実施の形態】以下、本発明について詳細に説明するが、説明は、表面に透明機能性硬化膜(凹凸形状を持つ)を有する基板、表面に透明機能性硬化膜を有する*



(2)

【0014】

4

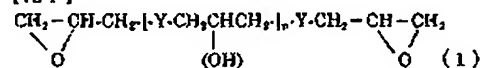
* 基板の製造方法の順に記載する。本発明の表面透明機能性硬化膜(凹凸形状を持つ)を有する基板(以下、凹凸基板と略する場合もある)は、平坦な基板上に特定の樹脂形成成分からなるコーティング材料層を設け、コーティング材料を硬化して得られる機能性硬化膜を有する。

【0011】コーティング材料が設けられる基板としては、その形態が平坦である必要がある。基板が平坦(平滑)性を有しないと、良好なコーティングができず、また、本発明が目的とする微細な表面凹凸形状を形成することが困難となる。ここで、平坦(平滑)性とは、JIS B 0501で規定されているRaが0.05μm以下を指す。具体的には、ガラス基板、金属基板、プラスチック基板等が例示される。

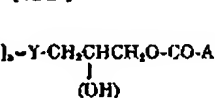
【0012】本発明の凹凸基板は、フルオレン骨格を有するモノマー又はオリゴマーを主とする樹脂形成成分と光重合開始剤を必須成分として含有するコーティング材料を硬化して得られる機能性硬化膜を有する。ここで、樹脂形成成分とは、モノマー、オリゴマー、エポキシ樹脂硬化剤等を含むものをいうものとする。また、フルオレン骨格を有する樹脂形成成分とは、フルオレン骨格を有するモノマー、オリゴマー又はその両者をいうものとする。更に、本発明の樹脂形成成分とは、フルオレン骨格を有するモノマー又はオリゴマーを主とする樹脂形成成分を言うものとする。そして、オリゴマーとは、平均の重合度又は繰返し数が5以下のものを言うものとし、不飽和結合で重合したオリゴマーの他に、多くの未硬化エポキシ樹脂なども含まれる。

【0013】フルオレン骨格を有する樹脂形成成分としては、下記一般式(1)~(3)で示されるものが特に好ましい。

【化1】



【化2】



【化3】

JP,2002-182017,A

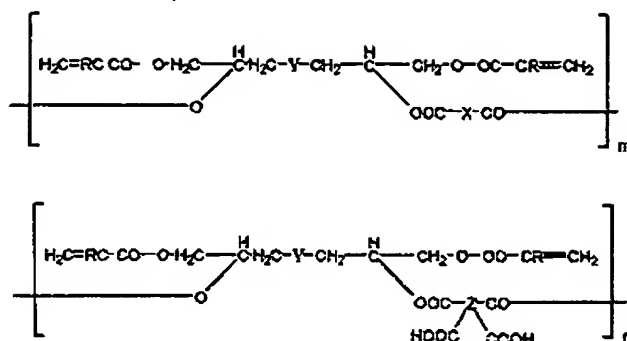
STANDARD ZOOM-UP ROTATION No Rotation ☐ ☐ REVERSAL
RELOAD PREVIOUS PAGE NEXT PAGE DETAIL

(4)

特開2002-182017

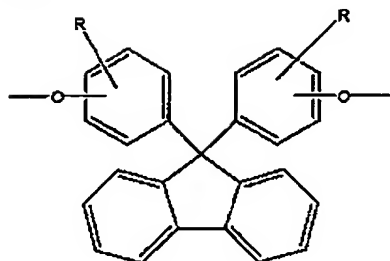
5

6



(3)

【化4】



(4)

【0015】上記一般式(1)及び(2)において、Yは式(4)で示される基を示し、Aは $\text{CH}_2=\text{CR}-$ (Rは水素原子又はメチル基である)を示し、nは0~20の整数を表す。また、一般式(3)において、Yは式(4)で示される基を示し、X及びZは多塩基酸の残基を表す。また、m及びnはモル比を表す。また、式(4)において、Rは水素原子又は炭素数1~5のアルキル基を表す。なお、一般式(3)の化合物は、一般式(2)の化合物と多塩基酸又はその無水物等の誘導体と反応させて得ることができ、この場合は一般式(2)の繰返し数nが2以上の場合もある。ここで、式(4)のRが水素原子であり、一般式(1)及び(2)の平均(平均の繰返し数)が0~1であることが好ましい。

【0016】これらの樹脂形成成分の採用により、樹脂マトリックスの耐熱性を高くすることができ、耐熱性の必要な用途に適する凹凸基板が得られる。この場合、フルオレン骨格を有する樹脂形成成分の割合は、全樹脂及び樹脂形成成分の40重量%以上、好ましくは50重量%以上、より好ましくは70重量%以上であることがよい。また、フルオレン骨格を有するモノマー又はオリゴマーが、フルオレンエポキシ樹脂、フルオレンアクリレート又はフルオレンアクリレートの酸付加物であり、その割合がフルオレンエポキシ樹脂1重量部に対し、フルオレンアクリレート0.5~5重量部、フルオレンアクリレート

の酸付加物0~5重量部であり、樹脂形成成分中のフルオレン骨格を有するモノマー又はオリゴマーが、50重量%以上であることが好ましい。また、多官能アクリレートが樹脂形成成分中に10~40重量%含まれることが有利である。

【0017】また、本発明の樹脂形成成分には、他の樹脂又は樹脂形成成分を含むことができ、アクリル樹脂系やエポキシ樹脂系を使用することが好ましい。アクリル樹脂系としては、アクリル酸、メタクリル酸等の置換アクリル酸、これらのメチルエステル等のアクリレート類から選択されるアクリル系のモノマー、オリゴマー又はポリマーが挙げられるが、重合性のモノマー又はオリゴマーが好ましい。アクリル樹脂成分を例示すると、メタクリル酸メチル、アクリル酸メチル等の汎用のアクリレートや、多官能アルコールや多官能エポキシ化合物から導かれる多官能アクリレートが挙げられる他、ポリ(メタ)アクリル酸のようなポリマー、そのオリゴマー等が挙げられる。また、エポキシ樹脂成分としては、ビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、フェノールノボラック型エポキシ樹脂、ジヒドロキシビフェニル型エポキシ樹脂等が挙げられる。本発明でいうエポキシ樹脂には、エポキシ化合物が含まれる。必須成分であるフルオレン骨格を有する樹脂形成成分や任意成分であるその他のアクリル樹脂形成成分やエポキシ樹脂形成成分などは、それぞれ単独で又は2種以上併用して用いてもよい。

【0018】また、必須成分の一つである光重合開始剤としては、樹脂形成成分の光重合を開始又は促進するものであればよく、光重合開始剤としてはカルボニル化合物、イオウ化合物、アゾ化合物、トリアジン化合物、有機過酸化化合物等を適宜調整して使用することができる。

【0019】本発明で用いるコーティング材料には、本発明の効果を損なわない範囲であれば、他の成分を含有してもよい。例えば、コーティング特性を向上させる溶剤や界面活性剤が、熱重合を促進する熱重合開始剤が、

(5)

特開2002-182017

7

密着性向上のためにはカップリング剤が、光透過性を変化させるためには顔料が使用できる。その他、本発明の効果を損なわない範囲であれば、上記のような溶剤可溶な樹脂を含有することができる。

【0020】溶剤としては、溶解性、コーティング性の面からエチレングリコールモノエチルエーテルアセテートやプロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、シクロヘキサノン、エチルエトキシプロピオネート、酢酸ブチル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、 γ -ブチロラクトン等がよく、またこれらの溶剤の混合物でもよい。

【0021】また、熱重合開始剤を用いる場合、アクリル樹脂成分又は他の熱重合性樹脂成分の熱重合を開始又は促進するものであればよく、有機アミン化合物、イミダゾール化合物、酸無水物、有機ホスフィン等が挙げられるが、保存安定性の面から最も好ましいものは有機アミン化合物やイミダゾール化合物であり、また、これらの数種を混合して使用することができる。有機アミンとしては、ビス(ジエチルアミノ)ベンゾフェノン、イミダゾール化合物としては2メチルイミダゾールが硬化性と保存安定性の面から好ましい。これらの多くは、エポキシ樹脂の硬化剤又は硬化促進剤として作用する成分でもあるので、エポキシ樹脂が含まれる場合は、硬化剤又は硬化促進剤ともなるが、本発明では硬化剤は、樹脂形成成分と、硬化促進剤は熱重合開始剤という。

【0022】コーティング材料の好ましい配合割合は、樹脂及び樹脂形成成分の合計100重量部に対し、光重合開始剤1～15重量部、熱重合開始剤0.5～10重量部、溶媒100～500重量部である。

【0023】コーティング材を調製する方法は特に限定はないが、樹脂形成成分、光重合開始剤、溶剤、熱重合開始剤、界面活性剤、カップリング剤等の種類、配合量を適宜調整した後、ロールミル、ボールミル、サンドミル、ブラネタリミキサーなどの分散、混合装置を用い、5～70℃で1～50時間程度攪拌混合を行ない、均一な組成となるように分散させる方法を採用することができる。

【0024】本発明の凹凸基板は、機能性硬化膜を有する。機能性硬化膜とは、硬化膜の表面の凹凸形状により発現される機能を有する硬化膜をいい、少なくとも基板の一部にこのような機能性硬化膜を有するものである。機能性硬化膜の表面は凹凸形状をしており、その凹凸段差の比の平均値が0.60～0.95の範囲にあり、凹凸段差が0.05～3 μ mの範囲であることが必要である。凹凸段差の比の平均値と凹凸段差がこの範囲から外れると、良好な表面凹凸性を有しなくなり、機能性硬化膜としての特性が十分発現されない。機能性硬化膜の平均の厚みに対し、凹凸段差はその5～40%、好ましくは10～30%であることがよい。

【0025】機能性硬化膜は、光線透過率が60%以上

8

であることが必要であり、好ましくは、70～95%の範囲である。光線透過率がこの値に満たないと、透明性を生かした用途に用いることができず好ましくない。ここで、凹凸段差の比の平均値、凹凸段差及び光線透過率の測定方法は、後記実施例の記載に従う。

【0026】次に、本発明の表面凹凸形状を有する基板の製造方法について説明する。本発明の凹凸基板の製造方法においては、まず、平坦な基板上にコーティング材料を塗布することを要する。平坦な基板は上記したものと同様なものを用いることができ、コーティング材料の塗布方法は、特に制限されるものではなく公知の方法を適用できるが、具体的にはスピンコートにより行うことができる。塗布されるコーティング剤の膜厚は、0.5 μ m以上であることが好ましい。膜厚が0.5 μ mに満たないと十分な凹凸が得られない。なお、塗布されたコーティング材料は、紫外線照射前には通常60～120℃の温度で1～5分程度予備乾燥し、溶媒がある程度除去された後、次工程の紫外線照射工程に移ることが好ましい。

【0027】用いられるコーティング材料は、前記した本発明の樹脂形成成分と光重合開始剤を必須成分として含有するコーティング材料であり、硬化後の硬化膜表面に凹凸形状を有する透明機能性硬化膜を形成できるものであればよい。フルオレン骨格を有する樹脂形成成分としては、上記した一般式(1)～(3)で示されるものが好ましいものとして例示される。

【0028】本発明の製造方法において、透明機能性硬化膜表面の凹凸形状は、光硬化と熱硬化の硬化収縮率の差を制御することにより形成することが有利であるが、これに限定されない。上記方法について説明すると、例えば塗布されたコーティング材料にマスクを介し紫外線を照射し、熱乾燥機などを用いて加熱処理して成膜される。そしてこの際、表面の凹凸形状は、紫外線照射時に光透過部と光遮蔽部を持つマスクを使用し、露光部と未露光部を発現させ、次工程である加熱処理時の露光部と未露光部の硬化収縮の差を利用して形成するものである。

【0029】紫外線照射の際に用いられるマスクの形状は、光透過部と光遮蔽部を有するものであれば特に限定されるものではなく、目的とする表面凹凸形状に応じて適宜設計されるものである。ただし、微細な表面凹凸形状を形成するためには、100 μ m当りに、2～10 μ mの線幅を持つ直線又は曲線の光透過部が2～20本程度存在することが好ましい。

【0030】紫外線照射の条件としては、300～450nmの紫外線を50～10000mJ/cm²の範囲で照射することが好ましく、熱処理条件としては、120～250℃で15～60分の範囲で行うことが好ましい。紫外線照射の条件がこの範囲以下では、光による硬化が不十分となり目的とする凹凸が形成できず、この範

(6)

特開2002-182017

9

10

図以上では光の回折による遮蔽部への光の回り込みが発生し十分な凹凸が形成できなくなるので好ましくない。また、熱処理の条件がこの範囲以下では、十分な熱硬化が行われず十分な凹凸が形成できなくなり、この範囲以上では熱処理による樹脂劣化が認められるので好ましくない。通常のフォトリソグラフィによる方法によれば、紫外線照射後、現像及び洗浄の工程を要するが、本発明の方法によれば、この工程を省略でき紫外線照射後すぐに熱処理工程に移ることができ煩雑な製造工程を経る必要がない。なお、紫外線の照射には、超高圧水銀ランプやメタルハイドランプなどのランプを用いることができる。

【0031】このようにして成膜された塗膜は、微細な表面凹凸形状を有する透明機能性硬化膜を有する。機能性硬化膜は透明性を有していることが必要であるが、その光線透過率は60%以上であることが好ましい。また、機能性硬化膜の表面に形成された凹凸形状部は、マスクによる露光部(膜厚X)と未露光部(膜厚Y)からなり、各部の厚さの比(Y/X)が0.60~0.95の範囲にあり、段差が0.05~3μmの範囲であることが好ましい。ここで、成膜された塗膜表面の凹凸形状は、上記したマスクを介した紫外線照射の際の用いられるマスク(露光部)の形状や紫外線照射条件、及び熱処理条件等を適宜調整することにより制御することができる。

【0032】

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明する。各層の特性の評価は以下の方法で測定した。

(1) 耐熱性：成膜した塗膜を250℃、時間オープンに入れ、塗膜の状態を評価した。評価のランクは次の通りである。

○：塗膜の外観に異常なし。

×：塗膜の外観にわれ、割傷、着色あり。

(2) 基板との密着性：塗膜を塗布した後に、少なくとも100個の基板目を作るようにクロスカットを入れ、次いでJIS Z1522によるセロハン粘着テープを用いてピール試験を行ない、基板目の剥離の状態を目視によって評価した。評価のランクは次の通りである。

○：全く剥離が認められないもの。

×：剥離が少しでも認められるもの。

(3) 塗膜硬度：JIS-K5400の試験法に準じた鉛筆硬度試験機を用い、荷重1kgの条件で、塗膜にキズが付かない鉛筆硬度を塗膜硬度とした。使用した鉛筆は「三菱ハ

イユニ(登録商標)」である。評価のランクは次の通りである。

○：4H以上。

×：4H未満。

【0033】(4) 耐薬品性：成膜した塗膜を、下記の薬品に下記の条件で浸漬し、浸漬後の外観及び密着性を評価した。

耐酸性 5% HCl-24時間

耐アルカリ性 5% NaOH-24時間浸漬

4% KOH 60℃-10min.

1% NaOH 80℃-5min.

耐溶剤性 NMP 40℃-10min.

NMP 80℃-5min.

(NMP：N-メチル-ピロリドン)

評価のランクは次の通りである。

○：塗膜の外観に異常なし。

×：塗膜の外観にわれ、割傷、着色あり。

【0034】(5) 凹凸段差：表面粗さ計を用いて凹凸を形成した凸部(膜厚X)と凹部(膜厚Y)の膜厚を測定し、その差(X-Y)を段差とした。また、凹凸段差の比は各部の厚さの比(Y/X)を計算で求めた。これを、図1を参照して説明すると、凸部X(塗膜の露光部：膜厚X)と凹部Y(未露光部：膜厚Y)の差が段差Zとして得られる。なお、図中、1は基板、2は機能性硬化膜、3は露光部と非露光部を形成するためのマスクであり、UVは紫外線を示す。また、凹凸段差の平均値及び凹凸段差の比の平均値は、上記方法によりランダムに測定した凹凸段差100点の平均値とした。

【0035】(6) 硬化膜光線透過率：平坦なガラス基板上にスピンコーティングでコーティング材料を約2.0μmの厚さに塗布して、80℃の温度で2分間予備乾燥した後、凹凸を形成するための石英マスク(50μmのドットを10μm間隔でクロム蒸着したもの)を通して500Wの高圧水銀ランプを用いて波長365nmの照度が10mW/cm²の紫外線を50秒間照射し、その後熱風乾燥機を用いて200℃で30分間加熱乾燥処理を行ない、作成したサンプルを日立分光透過率計UBEST-400を用いて500nmでの透過率を測定した。

【0036】(コーティング材料の調整)表1に示した配合割合で、コーティング剤を調整した。

【表1】

(7)

特開2002-182017

11

12

| 配合成分 | 配合量(部) | |
|-------------|--------|-------|
| | 実施例 1 | 比較例 1 |
| フルオレンアクリレート | 15 | - |
| 多官能アクリレート | 8 | 23 |
| フルオレンエポキシ樹脂 | 5 | - |
| BPAエポキシ樹脂 | - | 5 |
| 光重合開始剤 | 3.0 | 3.0 |
| 溶媒 | 70 | 70 |
| 熱重合開始剤 | 0.5 | 0.5 |
| シランカップリング剤 | 1.0 | 1.0 |

【0037】表中の各成分は次に示すものである。

フルオレンアクリレート：一般式2の化合物

多官能アクリレート：ジベンタエリストールヘキサアクリレート

フルオレンエポキシ樹脂：一般式1の化合物

光重合開始剤：チバガイギ社製イルガキュア907

溶媒：プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート

シランカップリング剤：γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン

硬化剤(熱重合開始剤)：ビス(ジエチルアミノ)ペンゾフェノン

【0038】実施例1、表1に示す光重合開始剤を含む光及び熱によって硬化する上記コーティング剤を、脱脂洗浄した厚さ1.1mmの平坦なガラス基板上にスピンコーティングで約3.0μmの厚さに塗布して、80℃の温度で2分間予備乾燥した後、凹凸を形成するための石英マスク(幅10μmのラインを10μm間隔でクロム蒸着したもの)を通して500Wの高圧水銀ランプを用いて波長365nmの照度が10mW/cm²の紫外線を50秒間照射した。その後熱風乾燥機を用いて200℃で30分間加熱乾燥処理を行ない、サンプルを作成した。

【0039】このサンプルの凹凸部の段差の平均は0.7μmであり、露光部(膜厚X)と未露光部の膜厚(膜厚Y)の比率の平均は(Y/X)が0.77となった。また、本発明の凹凸基板は、耐熱性、透明性、密着性、硬度、耐薬品性等に優れた結果となった。また、機能性硬化膜の光線透過率は60%以上であった。

【0040】比較例1

光及び熱によって硬化するコーティング剤を表1の比較例1のものに変更した以外は実施例1と同様に行った。同じくカラーフィルター用保護膜として使用されている光熱硬化型透明樹脂をガラス基板上にスピンコーティングで脱脂洗浄した厚さ1.1mmのガラス板上に約5.0

μmの厚さに塗布して、80℃の温度で2分間予備乾燥した後、凹凸を形成するための石英マスク(幅10μmのラインを10μm間隔でクロム蒸着したもの)を通して500Wの高圧水銀ランプを用いて波長365nmの照度が20mW/cm²の紫外線を50秒間照射した。その後熱風乾燥機を用いて200℃で30分間加熱乾燥処理を行ない、サンプルを作成した。

【0041】このサンプルの凹凸部の段差の平均は0.7μmであり、露光部(膜厚X)と未露光部の膜厚(膜厚Y)の比率(Y/X)の平均が0.83となった。ただし、フルオレン骨格を有する樹脂成分を使用しない本比較例1では、耐熱性と密着性、塗膜硬度不足が見られた。

【0042】

【発明の効果】本発明の表面に凹凸形状を有する基板は、耐熱性、耐アルカリ性、密着性が良好であることから、電機、電子分野を始めとする微細な表面凹凸形状が必要とされる用途に広く使用することができる。用途としては、反射板、導光板用くさび、ドット形成、プリズムシート、LCDプロジェクター等のマイクロレンズ、投射スクリーン用フルネルレンズ、広視野角向けLCDセル内構造物等に用いることができるが、特に、微細な表面凹凸形状を有し、高効率の光反射性能が要求されるLCD反射基板用途や微細なつや消しが要求される基板が用いられる用途に適している。また、本発明の製造方法によれば、従来の研磨やフォトリソグラフィーのように現像、洗浄工程などの複雑な製造工程を経なくても、簡単な露光、加熱乾燥により、良好な凹凸が作成することが出来、産業上の有用性が極めて高いものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】 凹凸段差を示す断面図

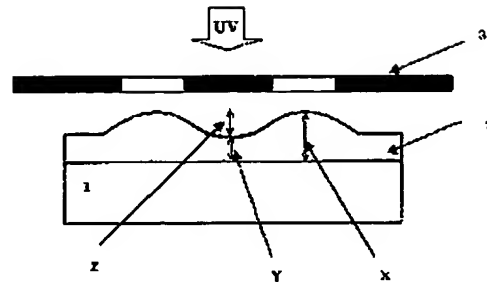
【符号の説明】

- 1 基材
- 2 硬化膜
- 3 マスク

(8)

特開2002-182017

【図1】



フロントページの続き

| (51)Int.Cl. | 識別記号 | F I | ページ (参考) |
|-------------------|-------|----------------|-------------------|
| C 0 8 J 7/04 | C E R | C 0 8 J 7/04 | C E R Z 4 J 0 3 8 |
| | C E Z | | C E Z Z |
| C 0 9 D 4/02 | | C 0 9 D 4/02 | |
| 5/00 | | 5/00 | Z |
| 5/28 | | 5/28 | |
| 163/00 | | 163/00 | |
| 201/00 | | 201/00 | |
| G 0 2 B 1/11 | | C 0 8 L 101:02 | |
| // C 0 8 L 101:02 | | G 0 2 B 1/10 | A |

F ターム (参考)

2H04Z BA04 BA15 BA19 BA20
 2K009 AA12 CC24 CC33 DD02
 4D075 BB26Z BB40Z BB42Z BB46Z
 BB92Z BB93Z CA02 CA13
 CA18 CA44 CB03 CB06 CB33
 DA06 DB01 DB13 DB31 DC19
 DC21 DC24 EB20 EB22 EB24
 EB33 EC37
 4F006 AB13 AB20 AB34 AB35 BA01
 BA14 CA05
 4F100 AG00A AK01B AK25B AK53B
 AL05B AL07B ATT0A BA02
 CC00B DD01B EH45Z EJ08Z
 EJ42Z EJ54Z GB41 JB01
 JB12B JJ03 JK12 JN01
 JN01B YY00B
 4J038 DB271 DB272 FA141 FA142
 KA03 NA01 NA19 PA17